

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-235889

(43)Date of publication of application : 31.08.2001

(51)Int.Cl.

G03G 5/147
G03G 5/00

(21)Application number : 2000-047214

(71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 24.02.2000

(72)Inventor : TAKIMOTO HITOSHI
YAHAGI KOICHI
HOZUMI MASAHIKO
YAO KENJI
SUZUKI TAKAHIRO
ESUMI TETSUYA
SHIRAI MASA HARU

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR, ELECTROPHOTOGRAPHIC DEVICE WITH THE SAME, PROCESS CARTRIDGE AND METHOD FOR PRODUCING THE ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrophotographic photoreceptor having high surface strength, good surface smoothness and lubricity and capable of forming a ghost-free image, an electrophotographic device with the photoreceptor and a process cartridge.

SOLUTION: The electrophotographic photoreceptor has a surface layer containing metal oxide particles surface-treated with a surface treating agent, an alcohol-soluble bonding resin and an alcohol-soluble electric charge transferring material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



6 2 0 0 1 0 6 0 0 0 1 2 3 5 8 8 9

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-235889

(P2001-235889A)

(43) 公開日 平成13年8月31日 (2001.8.31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
G 0 3 G 5/147	5 0 3	G 0 3 G 5/147	5 0 3
	5 0 2		5 0 2
	5 0 4		5 0 4
5/00	1 0 1	5/00	1 0 1

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2000-47214(P2000-47214)

(22) 出願日 平成12年2月24日 (2000.2.24)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72) 発明者 滝本 整

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 矢作 浩一

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体、該電子写真感光体を有する電子写真装置及びプロセスカートリッジ、並びに該電子写真感光体の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高い表面強度、良好な表面平滑性、及び潤滑性を有し、ゴーストのない画像を形成できる電子写真感光体、そのような電子写真感光体を備えた電子写真装置及びプロセスカートリッジを提供する。

【解決手段】 表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、アルコール可溶性結着樹脂及びアルコール可溶性電荷輸送材料を含有する表面層を備えた電子写真感光体、及びこの電子写真感光体を備えた電子写真装置並びにプロセスカートリッジ。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、アルコール可溶性結着樹脂及びアルコール可溶性電荷輸送材料を含有する表面層を備えた電子写真感光体。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の電子写真感光体を備えた電子写真装置。

【請求項 3】 請求項 1 に記載の電子写真感光体を備えたプロセスカートリッジ。

【請求項 4】 基体上に設けられた感光層を、表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、アルコール可溶性結着樹脂及びアルコール可溶性電荷輸送材料をアルコールに溶解、分散させた分散液に浸漬させることにより表面層を形成する電子写真感光体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は表面層を有する電子写真感光体、該電子写真感光体を有するプロセスカートリッジ及び電子写真装置、並びに該電子写真感光体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真方式の複写機やプリンターに用いる電子写真感光体は、可視光や半導体レーザ光である近赤外光に対して感度を有することが要請されると共に、近年ますます高い信頼性と安価なコストを同時に実現することを求められている。これらの要請に応える現在最も有力な感光体は有機感光体である。中でも、露光により電荷を発生する電荷発生層と、発生した電荷を輸送する電荷輸送層とが積層された機能分離型積層有機感光体は、感度、帯電性、それらの経時安定性、及び電子写真特性等の点で優れている。このような積層有機感光体として種々の構造のものが提案され、実用化されているが、その多くは低分子の電荷輸送材料を結着樹脂中に分散した電荷輸送層を最外層として備えたものである。

【0003】しかし、低分子の電荷輸送材料を分散した電荷輸送層はクリーニングブレードによる機械的ストレスで磨耗しやすく、このような電荷輸送層を備えた電子写真感光体の寿命は短かった。

【0004】また、近年、オフィス環境において電子写真方式のプリンターから発生するオゾンの健康に対する影響に関心が高まり、従来の非接触式のコロナ帯電方式と比較して格段にオゾン発生量の少ない接触帯電方式が注目されている。しかし、この接触帯電方式は帯電ロールや帯電フィルム等を電子写真感光体に接触させて電子写真感光体を帯電させており、放電領域が感光体表面に近接しているため、感光体に与える放電ストレスが非接触式のコロナ帯電方式のそれより強い。このため放電生成物が感光体の表面に付着しやすくなり、感光体の磨耗量が大きくなり、磨耗による帯電性の低下、感度の変化、かぶりや黒線の発生といった画質の低

下等がおこるため、非接触コロナ帯電方式と比較して感光体の寿命が短くなる場合が多い。

【0005】このような事情から、電子写真感光体の表面強度を上げ、その耐用寿命を延ばすことが要求されている。また、長期間にわたる繰り返し使用により、帯電時に発生するオゾンや NO_x 等の反応生成物、現像時に使用するトナーがクリーニング工程で除去されずに電子写真感光体の表面に残留するといった問題が発生した。

【0006】これらの問題を解決するために、感光体の表面層の表面硬度を増加させて摩耗や傷を防止する方法や、感光体の表面層の潤滑性を増加させ、それによって摩耗を抑制するとともに、トナーや反応生成物等の付着物を表面層から除去しやすくして表面の劣化を防止する方法が種々提案されている。

【0007】感光体の表面層を強化する方法としては、平均粒径が使用する光の波長より小さい導電性の微粒子、例えば、表面処理剤で表面を処理された金属酸化物微粒子を結着樹脂中に分散した表面層で感光層を保護する方法が提案されている（例えば、特開昭 57-30846 号公報）。

【0008】しかし、このような電子写真感光体を用いて形成された画像にはゴーストが発生することがあった。

【0009】また、このような表面層の結着樹脂としては熱可塑性樹脂は強度が充分でない為不適当である。一方熱硬化性樹脂をこの表面層の結着樹脂として用いる場合、芳香族炭化水素類、酢酸エステル類、ハロゲン化炭化類等、樹脂を溶解しやすい溶剤を用いざるをえない。これらの溶剤は感光層の樹脂も溶解してしまうため、表面層の塗布方法として、浸漬塗布法のように短時間に均一な厚みの層を形成できるが、その際に感光層を溶かしてしまう方法は採用できない。さらに、熱硬化性樹脂は塗布液中でも硬化するため、熱硬化性樹脂を含有する塗布液のポットライフは短い。そこで、表面層の塗布方法は、感光層を溶解しにくく、かつポットライフの影響の少ないスプレーコーティング法などに限定されていた。

【0010】また、感光体の表面層の潤滑性を増加させる方法としては、フッ素系樹脂粉体を表面層中に分散させるという方法が提案されている（例えば、特開昭 63-221355 号公報）。この方法によると、フッ素系樹脂粉体により表面層の表面エネルギーや摩擦係数が低下し、トナー等が除去されやすくなり、また摩耗や傷に対する耐久性が向上する。

【0011】しかし、フッ素系樹脂粉体は結着樹脂中に分散しにくく、かつ、凝集しやすいので、厚みが均一で平滑な表面層を形成することは困難であった。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の課題に鑑みたもので、高い表面強度、良好な表面平滑性、及び潤滑性を有し、ゴーストのない画像を形成できる電子

3

写真感光体、そのような電子写真感光体を備えた電子写真装置及びプロセスカートリッジを提供することを目的とする。また、本発明は、浸漬塗布方法により表面層が形成できる電子写真感光体の製造方法を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明は、表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、アルコール可溶性結着樹脂及びアルコール可溶性電荷輸送材料を含有する表面層を備えた電子写真感光体を提供する。

【0014】また、本発明は前記電子写真感光体を備えた電子写真装置及びプロセスカートリッジを提供する。

【0015】さらに、本発明は基体上に設けられた感光層を、表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、アルコール可溶性結着樹脂及びアルコール可溶性電荷輸送材料をアルコールに溶解、分散させた分散液に浸漬させることにより表面層を形成する電子写真感光体の製造方法を提供する。

【0016】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

【0017】本発明の電子写真感光体は、導電性基体と、感光層と、表面層とをこの順で有する。導電性基体と感光層との間には下引き層を設けてもよい。感光層は電荷を発生する機能と電荷を輸送する機能を併せ持つ単層でもよいし、電荷発生層と電荷輸送層から構成される積層体でもよい。また、電荷発生層と電荷輸送層の順番は任意である。さらに、本発明の電子写真感光体は中間層を備えてもよい。

【0018】導電性基体としては公知のものを使用することができる。例えば、アルミニウム、ニッケル、クロム、ステンレス鋼等の金属類、アルミニウム、チタン、ニッケル、クロム、ステンレス鋼、金、バナジウム、酸化錫、酸化インジウム、ITO等の薄膜を設けたプラスチックフィルム、並びに導電性付与剤を塗布または含浸させた紙及びプラスチックフィルム等があげられる。これらの導電性基体の形状はドラム状やシート状が一般的であるが、これらに限定されない。導電性基体の表面には画質に影響のない範囲で各種の処理を行うことができる。例えば、酸化処理、薬品処理、着色処理、砂目立て、液体ホーニング等の乱反射処理等を行うことができる。

【0019】下引き層は結着剤を含有し、下引き層に用いられる結着剤としては、ポリビニルブチラール等のアセタール樹脂、ポリビニルアルコール樹脂、カゼイン、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ゼラチン、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸樹脂、シリコーン樹脂、シリコーン-アルキッド樹脂、フェノー

4

ルーホルムアルデヒド樹脂、及びメラミン樹脂等の高分子化合物、並びにジルコニウム、チタン、アルミニウム、マンガン、シリコン等を含有する有機金属化合物等が挙げられる。有機金属化合物の中では、チタン、アルミニウム、シリコンを含有するものが好ましい。

【0020】チタンを含有する有機金属化合物の例としては、テトライソプロピルチタネート、テトラノルマルブチルチタネート、ブチルチタネートダイマー、テトラ(2-エチルヘキシル)チタネート、チタンアセチルアセトネート、ポリチタンアセチルアセトネート、チタンオクチレングリコレート、チタンラクテートアンモニウム塩、チタンラクテート、チタンラクテートエチルエステル、チタントリエタノールアミネート、及びポリヒドロキシチタンステアレート等が挙げられる。

【0021】アルミニウムを含有する有機金属化合物の例としては、アルミニウムイソプロピレート、モノブトキシアルミニウムイソプロピレート、アルミニウムブチレート、ジエチルアセトアセテートアルミニウムジイソプロピレート、アルミニウムトリス(エチルアセトアセテート)等が挙げられる。

【0022】シリコンを含有する有機金属化合物の例としては、例えば、ビニルメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β-メトキシエトキシ)シラン、ビニルトリアセトキシシラン、γ-メタクリルオキシプロピルトリス(β-メトキシエトキシ)シラン、β-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N,N-ビス(β-ヒドロキシエチル)-γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-クロロプロピルトリメトキシシラン等である。これらの中でも特に好ましく用いられるシラン化合物は、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β-メトキシエトキシシラン)、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメトキシシラン、β-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、N-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-β-(アミノエチル)-γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メチルカプトプロピルトリメトキシシラン、γ-クロロプロピルトリメトキシシラン等のシランカップリング剤が挙げられる。

【0023】有機金属化合物は単独で用いたり、複数の

化合物の混合物として用いたり、複数の化合物の重縮合物として用いたり、下引き層に用いられる前記高分子化合物とともに用いることができる。また、高分子化合物も単独で用いたり、組み合わせて用いることができる。

【0024】下引き層中には、干渉縞発生を防止する目的や電気特性を向上する目的で、各種の有機または無機微粉末を混合することができる。特に、酸化チタン、酸化亜鉛、亜鉛華、硫化亜鉛、鉛白、リトポン等の白色顔料、アルミナ、炭酸カルシウム、硫酸バリウム等の体質顔料としての無機顔料、テフロン樹脂粒子、ベンゾグアナミン樹脂粒子、スチレン樹脂粒子、シリコン単結晶微粉末等が有効である。微粉末の粒径は $0.01\mu\text{m}$ ～ $2\mu\text{m}$ であることが好ましい。粒径が $2\mu\text{m}$ より大きいと下引き層の凹凸が激しくなり、電気特性が場所によって異なり、画質欠陥を生じやすくなる。また、 $0.01\mu\text{m}$ より小さいと十分な光散乱効果が得られない。上記微粉末を添加する場合には、その量は下引き層の固形分に対して、 $10\sim 80$ 重量%であることが好ましく、 $30\sim 70$ 重量%であることがより好ましい。

【0025】下引き層の膜厚を厚くすると、導電性基体に凹凸があっても感光体の表面を平滑にできるため、一般に画質欠陥は低減する傾向にあるが、電気特性が劣化する時期が早くなる。このため下引き層の膜厚は $0.1\sim 5\mu\text{m}$ の範囲にあることが望ましい。

【0026】電荷発生層は、結着樹脂と、結着樹脂中に分散された電荷発生材料を含有する。電荷発生材料としては、無金属フタロシアニン、チタニルフタロシアニン、銅フタロシアニン、錫フタロシアニン、ガリウムフタロシアニン等の各種フタロシアニン顔料、スクエアリウム系、アントアントロン系、ペリレン系、アゾ系、アントラキノン系、ピレン系、ピリリウム塩、チアピリリウム塩等の各種有機顔料および染料が用いられる。有機顔料は一般に数種の結晶型を有しており、特にフタロシアニン顔料では α 、 β 等をはじめとして各種の結晶型が知られているが、目的に適合した感度が得られるならば、いずれの結晶型を用いてもよい。

【0027】電荷発生層に使用される結着樹脂としては、ビスフェノールAタイプ及びビスフェノールZタイプ等のポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、スチレン-ブタジエン樹脂、塩化ビニリデン-アクリルニトリル樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸樹脂、シリコーン樹脂、シリコーン-アルキッド樹脂、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂、スチレン-アルキッド樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール等が挙げられる。これらの結着樹脂は、単独であるいは2種以上混合して用いることができる。

【0028】電荷発生層には、電荷発生材料の凝集防止、分散性向上、電気特性の向上等の各種の目的でシラ

ンカップリング剤や有機金属アルコキシドを加えることができる。

【0029】電荷発生材料と結着樹脂との配合比（重量比）は、 $10:1\sim 1:10$ の範囲が望ましい。また、電荷発生層の厚みは、一般には $0.01\sim 5\mu\text{m}$ であり、好ましくは $0.05\sim 2.0\mu\text{m}$ である。

【0030】電荷輸送層は電荷輸送材料と、必要に応じて結着樹脂を含有する。電荷輸送材料としては、2,5-ビス（p-ジエチルアミノフェニル）-1,3,4-オキサジアゾール等のオキサジアゾール誘導体、1,3,5-トリフェニル-ピラゾリン、1-ピリジル-3-（p-ジエチルアミノスチリル）-5-（p-ジエチルアミノスチリル）ピラゾリン等のピラゾリン誘導体、トリフェニルアミン、トリ（p-メチルフェニル）アミル-4-アミン、ジベンジルアニリン等の芳香族第3級アミノ化合物、N,N'-ジフェニル-N,N'-ビス（3-メチルフェニル）-[1,1'-ビフェニル]4,4'-ジアミン等の芳香族第3級ジアミノ化合物、3-（4'-ジメチルアミノフェニル）-5,6-ジ（4'-メトキシフェニル）-1,2,4-トリアジン等の1,2,4-トリアジン誘導体、4-ジエチルアミノベンズアルデヒド-1,1-ジフェニルヒドラゾン等のヒドラゾン誘導体、2-フェニル-4-スチリル-キナゾリン等のキナゾリン誘導体、6-ヒドロキシ-2,3-ジ（p-メトキシフェニル）ベンゾフラン等のベンゾフラン誘導体、p-（2,2-ジフェニルビニル）-N,N-ジフェニルアニリン等の α -スチルベン誘導体、エナミン誘導体、N-エチルカルバゾール等のカルバゾール誘導体、ポリ-N-ビニルカルバゾールおよびその誘導体などの正孔輸送物質；クロラニル、プロモアントラキノン等のキノン系化合物、テトラアルキルジメタン系化合物、2,4,7-トリニトロフルオレノン、2,4,5,7-テトラニトロ-9-フルオレノン等のフルオレノン化合物、キサントン系化合物、チオフェン化合物等の電子輸送物質；および上記した化合物からなる基を主鎖または側鎖に有する重合体などが挙げられる。これらの電荷輸送材料は、単独でまたは2種以上を組み合わせ使用することができる。

【0031】電荷輸送層に用いられる結着樹脂の例としては、アクリル樹脂、ポリアリレート、ポリエステル樹脂、ビスフェノールAタイプ及びビスフェノールZタイプ等のポリカーボネート樹脂、ポリスチレン、アクリロニトリル-スチレン共重合体、アクリロニトリル-ブタジエン共重合体、ポリビニルブチラール、ポリビニルホルマール、ポリスルホン、ポリアクリルアミド、ポリアミド、塩素ゴム等の絶縁性樹脂、並びにポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピレン等の有機光導電性ポリマー等が挙げられる。

【0032】電荷輸送材料と上記結着樹脂との配合比は $10:1\sim 1:5$ が好ましい。また、電荷輸送層の膜厚

7

は一般に5～50 μ mであり、好ましくは10～40 μ mである。

【0033】感光層が単層である場合には、結着樹脂中に電荷発生材料や電荷輸送材料を分散させたもの等を用いることができる。

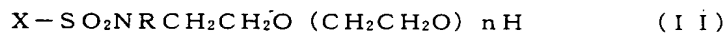
【0034】電子写真装置中で発生するオゾンや酸化性ガス、光や熱による感光体の劣化を防止する目的で、感光層中に酸化防止剤、光安定剤、熱安定剤などの添加剤を添加することができる。酸化防止剤としては、例えば、ヒンダードフェノール、ヒンダードアミン、パラフェニレンジアミン、アリールアルカン、ハイドロキノ、スピロクロマン、スピロイндаノンおよびそれらの誘導体、有機硫黄化合物、有機リン化合物等が挙げられる。光安定剤の例としては、ベンゾフェノン、ベンゾアゾール、ジチオカルバメート、テトラメチルピベン等の誘導体が挙げられる。

【0035】表面層は、表面処理剤で表面が処理された金属酸化物粒子、結着樹脂、及び電荷輸送材料を含有する。この表面層は無色透明であることが好ましい。

【0036】金属酸化物粒子の含有量は表面層全重量に対し、5～90重量%であることが好ましく、30～80重量%であることがより好ましい。含有量が5重量%に満たないと十分な導電性を得にくく、90重量%を超えると十分な機械的強度を得にくくなることがある。

【0037】金属酸化物粒子の平均一次粒子径は0.01～0.3 μ mであることが好ましく、0.05～0.1 μ mであることがより好ましい。平均一次粒子径が0.01 μ mに満たないと、該粒子が凝集しやすくなり、そのため分散が困難になり、また、0.3 μ mを超えると表面層が着色するため、感光体の感度低下、画質欠陥が発生する場合がある。

【0038】本発明で用いる金属酸化物としては、酸化スズ、酸化アンチモン、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化ビスマス、酸化インジウム、酸化タンタル、タンタルがド



【0045】

【化2】



【0046】式中、Rは単結合、アルキル基を、Xは—CF₃、—C₄F₉、—C₆F₁₃、—C₈F₁₇等のフッ化アルキル基を示し、nは正の整数を示す。

【0047】金属酸化物粒子を上記表面処理剤で表面処理するには、まず、金属酸化物粒子と表面処理剤とを適当な溶剤中に分散し、表面処理剤を金属酸化物粒子表面に付着させる。反応促進のためにこの分散液中に触媒を添加してもよい。金属酸化物粒子を溶剤中で分散させる方法としては、ロールミル、ボールミル、振動ミル、ア

8

ーブされた酸化スズ、アンチモンがドーブされた酸化スズ、インジウムがドーブされた酸化スズ等が挙げられる。これらの金属酸化物は単独で用いても、二種以上を用いてもよい。

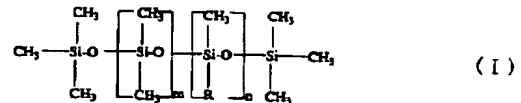
【0039】金属酸化物の表面エネルギーを低下させるために使用される表面処理剤としては、シランカップリング剤、シリコンオイル、シロキサン化合物、及び界面活性剤等が挙げられる。これらはフッ素原子を含有することが好ましい。

【0040】フッ素含有シランカップリング剤の例としては、例えば、CF₃CH₂CH₂Si(OCH₃)₃、C₄F₉CH₂CH₂Si(OCH₃)₃、C₆F₁₃CH₂CH₂Si(OCH₃)₃、C₈F₁₇CH₂CH₂Si(OC(H₃)₃)₃、C₈F₁₇CH₂CH₂SiMe(OCH₃)₂、C₈F₁₇CH₂CH₂Si(OCH₂CH₂OCH₃)₃、C₁₀F₂₁Si(OCH₃)₃、C₁₀F₂₁CH₂CH₂Si(OCH₃)₃が挙げられる。

【0041】フッ素変性シリコンオイルの例としては、例えば、下記一般式(I)に示した化合物が挙げられる。

【0042】

【化1】



【0043】式中のRは—CH₂CH₂CF₃、—CH₂CH₂C₄F₉、—CH₂CH₂C₆F₁₃、—CH₂CH₂C₈F₁₇等のフッ化アルキル基を示し、m及びnは正の整数を示す。

【0044】フッ素系界面活性剤の例としては、例えば、下記一般式(I I)～(I V)に示した化合物が挙げられる。

トライター、サンドミル、超音波分散等の方法を用いることができる。次にこの分散液から溶剤を除去した後、熱処理により金属酸化物粒子表面に表面処理剤を固着させる。得られた表面処理済み金属酸化物が凝集している場合は、必要に応じて、粉碎処理を行なっても良い。

【0048】表面処理剤の添加量は、金属酸化物粒子の粒径にもよるが、金属酸化物量に対して、1～70重量%であることが好ましく、5～50重量%であることがより好ましい。

【0049】表面層の結着樹脂はアルコール溶剤に可溶であることが必要であり、このような結着樹脂としては、例えば、ポリアミド樹脂やポリビニルアルコール成分を有する樹脂等が挙げられる。ポリアミド樹脂としては、アルコール溶剤に可溶の共重合ナイロン、メトキシ

9

メチル化ナイロンが用いられる。共重合ナイロンは、ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン12等を種々に組み合わせて重合したものであり、さらにそれをメトキシメチル化したものも使用できる。また、ポリビニルアルコール成分を有する樹脂としては、ポリ酢酸ビニルを鹸化したポリビニルアルコール（ポリビニルアルコールとポリ酢酸ビニルの共重合樹脂）、さらにそれを脂肪族アルデヒドでアセタール化したポリビニルアセタール（ポリビニルアルコールーポリ酢酸ビニルーポリビニルアセタールの3元共重合樹脂）などが用いられる。ポリビニルアセタールには、ポリビニルホルマール、ポリビニルブチラールなどが含まれる。

【0050】表面層に用いられる電荷輸送材料はアルコール溶剤に可溶であることが必要であり。このような電荷輸送材料としては下記一般式(V)で示す電荷輸送性材料が挙げられる。

【0051】

【化3】

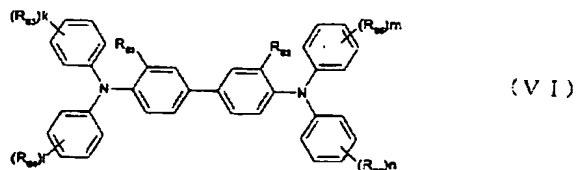


【0052】式中、1は0から4の整数、mは1から4の整数を示し、Tは炭素数1から10の直鎖、分岐鎖のアルキレン、エステル結合、エーテル結合等のいずれかを含み、Uはカルボン酸、または水酸基を示す。Aは下記一般式(VI)、または(VII)で表される構造を示す。

【0053】

【化4】

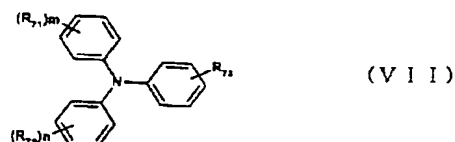
10



【0054】R₆₁およびR₆₂は同一でも異なってもよく、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子を表し、R₆₃～R₆₆は同一でも異なってもよく、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子または置換アミノ基を表す。また、k～nはそれぞれ1または2の整数を表す。

【0055】

【化5】



【0056】R₇₁～R₇₂は同一でも異なってもよく、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子を表し、mおよびnはそれぞれ1または2の整数を表す。また、R₇₃は水素原子、炭素数1～4のアルキル基または炭素数6～12のアリール基を表す。

【0057】一般式(VI)で示されるベンジジン系化合物の具体的な化合物例を表1～3に示す。

【0058】

【表1】

化合物 No.	R ₆₁	(R ₆₂) k	(R ₆₄) l	R ₆₂	(R ₆₅) n	(R ₆₆) n
1-1	H	3-CH ₃	H	H	3-CH ₃	H
1-2	H	4-CH ₃	H	H	4-CH ₃	H
1-3	H	3-C ₂ H ₅	H	H	3-C ₂ H ₅	H
1-4	CH ₃	H	H	CH ₃	H	H
1-5	CH ₃	2-CH ₃	H	CH ₃	2-CH ₃	H
1-6	CH ₃	3-CH ₃	H	CH ₃	3-CH ₃	H
1-7	CH ₃	4-CH ₃	H	CH ₃	4-CH ₃	H
1-8	CH ₃	4-CH ₃	2-CH ₃	CH ₃	4-CH ₃	2-CH ₃
1-9	CH ₃	4-CH ₃	3-CH ₃	CH ₃	4-CH ₃	3-CH ₃
1-10	CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃
1-11	CH ₃	3, 4-CH ₃	H	CH ₃	3, 4-CH ₃	H
1-12	CH ₃	3, 4-CH ₃	3, 4-CH ₃	CH ₃	3, 4-CH ₃	3, 4-CH ₃
1-13	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H
1-14	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H
1-15	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H	CH ₃	4-C ₂ H ₅	H
1-16	CH ₃	4-C ₂ H ₅	2-CH ₃	CH ₃	4-C ₂ H ₅	2-CH ₃
1-17	CH ₃	4-C ₂ H ₅	3-CH ₃	CH ₃	4-C ₂ H ₅	3-CH ₃
1-18	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃
1-19	CH ₃	4-C ₂ H ₅	3, 4-CH ₃	CH ₃	4-C ₂ H ₅	3, 4-CH ₃
1-20	CH ₃	4-C ₃ H ₇	3-CH ₃	CH ₃	4-C ₃ H ₇	3-CH ₃
1-21	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-CH ₃	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-CH ₃
1-22	CH ₃	4-C ₄ H ₉	3-CH ₃	CH ₃	4-C ₄ H ₉	3-CH ₃
1-23	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃
1-24	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₅	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₅
1-25	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-OCH ₃	CH ₃	4-C ₂ H ₅	4-OCH ₃
1-26	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-C ₃ H ₇	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-C ₃ H ₇
1-27	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-OCH ₃	CH ₃	4-C ₃ H ₇	4-OCH ₃
1-28	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-C ₄ H ₉	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-C ₄ H ₉
1-29	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-OC ₄ H ₉	CH ₃	4-C ₄ H ₉	4-OC ₄ H ₉
1-30	H	3-CH ₃	H	H	3-CH ₃	H
1-31	Cl	H	H	Cl	H	H
1-32	Cl	2-CH ₃	H	Cl	2-CH ₃	H
1-33	Cl	3-CH ₃	H	Cl	3-CH ₃	H

【0059】

【表2】

化合物 No.	R_{e1}	$(R_{e3}) k$	$(R_{e4}) l$	R_{e7}	$(R_{e5}) m$	$(R_{e6}) n$
1-34	Cl	4-CH ₃	H	Cl	4-CH ₃	H
1-35	Cl	4-CH ₃	2-CH ₃	Cl	4-CH ₃	2-CH ₃
1-36	Cl	4-CH ₃	3-CH ₃	Cl	4-CH ₃	3-CH ₃
1-37	Cl	4-CH ₃	4-CH ₃	Cl	4-CH ₃	4-CH ₃
1-38	C ₂ H ₅	H	H	C ₂ H ₅	H	H
1-39	C ₂ H ₅	2-CH ₃	H	C ₂ H ₅	2-CH ₃	H
1-40	C ₂ H ₅	3-CH ₃	H	C ₂ H ₅	3-CH ₃	H
1-41	C ₂ H ₅	4-CH ₃	H	C ₂ H ₅	4-CH ₃	H
1-42	C ₂ H ₅	4-CH ₃	4-CH ₃	C ₂ H ₅	4-CH ₃	4-CH ₃
1-43	C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃	C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃
1-44	C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃	C ₂ H ₅	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃
1-45	C ₂ H ₅	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃	C ₂ H ₅	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃
1-46	OCH ₃	H	H	OCH ₃	H	H
1-47	OCH ₃	2-CH ₃	H	OCH ₃	2-CH ₃	H
1-48	OCH ₃	3-CH ₃	H	OCH ₃	3-CH ₃	H
1-49	OCH ₃	4-CH ₃	H	OCH ₃	4-CH ₃	H
1-50	OCH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	OCH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃
1-51	OCH ₃	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃	OCH ₃	4-C ₂ H ₅	4-CH ₃
1-52	OCH ₃	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃	OCH ₃	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃
1-53	OCH ₃	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃	OCH ₃	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃
1-54	CH ₃	2-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	2-N(CH ₃) ₂	H
1-55	CH ₃	3-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	3-N(CH ₃) ₂	H
1-56	CH ₃	4-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	4-N(CH ₃) ₂	H
1-57	CH ₃	4-Cl	H	CH ₃	4-Cl	H
1-58	H	3-CH ₃	H	H	H	H
1-59	H	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃	OCH ₃	4-C ₂ H ₇	4-CH ₃
1-60	H	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃	OCH ₃	4-C ₄ H ₉	4-CH ₃
1-61	H	2-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	2-N(CH ₃) ₂	H
1-62	H	3-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	3-N(CH ₃) ₂	H
1-63	H	4-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	4-N(CH ₃) ₂	H
1-64	H	4-Cl	H	CH ₃	4-Cl	H
1-65	CH ₃	3-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	H	4-CH ₃
1-66	CH ₃	4-N(CH ₃) ₂	H	CH ₃	H	4-CH ₃

【0060】

【表3】

化合物 No.	R_{e1}	$(R_{e3}) k$	$(R_{e4}) l$	R_{e7}	$(R_{e5}) m$	$(R_{e6}) n$
1-67	CH ₃	4-Cl	H	CH ₃	H	4-CH ₃

【0061】一般式(VII)で示されるトリアリール
アミン系化合物の具体的な化合物例を表4、5に示す

【0062】

【表4】

化合物 No.	(R ₁) p	(R ₂) q	R ₃	化合物 No.	(R ₁) p	(R ₂) q	R ₃
2-1	H	H	H	2-24	3,5-CH ₃	3-CH ₃	3-CH ₃
2-2	H	H	2-CH ₃	2-25	3,5-CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃
2-3	H	H	3-CH ₃	2-26	3,5-CH ₃	H	H
2-4	H	H	4-CH ₃	2-27	H	H	2-C ₆ H ₅
2-5	H	2-CH ₃	2-CH ₃	2-28	H	H	3-C ₆ H ₅
2-6	H	2-CH ₃	3-CH ₃	2-29	H	H	4-C ₆ H ₅
2-7	H	2-CH ₃	4-CH ₃	2-30	2-CH ₃	2-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-8	H	3-CH ₃	3-CH ₃	2-31	3-CH ₃	3-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-9	H	3-CH ₃	4-CH ₃	2-32	4-CH ₃	4-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-10	H	4-CH ₃	4-CH ₃	2-33	3,4-CH ₃	3,4-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-11	2-CH ₃	2-CH ₃	2-CH ₃	2-34	3,4-CH ₃	3,4-CH ₃	3-CH ₃
2-12	2-CH ₃	2-CH ₃	3-CH ₃	2-35	3,4-CH ₃	3,4-CH ₃	4-CH ₃
2-13	2-CH ₃	2-CH ₃	4-CH ₃	2-36	3,4-CH ₃	H	4-C ₆ H ₅
2-14	2-CH ₃	3-CH ₃	3-CH ₃	2-37	3,4-CH ₃	3-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-15	2-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃	2-38	3,4-CH ₃	3-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-16	2-CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	2-39	3,4-CH ₃	4-CH ₃	4-C ₆ H ₅
2-17	3-CH ₃	3-CH ₃	3-CH ₃	2-40	3,4-CH ₃	H	H
2-18	3-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃	2-41	4-CH ₃	3-OCH ₃	H
2-19	3-CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	2-42	4-CH ₃	4-OCH ₃	H
2-20	4-CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	2-43	3,4-CH ₃	3-OCH ₃	H
2-21	2,4-CH ₃	H	H	2-44	3,4-CH ₃	4-OCH ₃	H
2-22	2,4-CH ₃	3-CH ₃	3-CH ₃	2-45	4-CH ₃	4-OC ₂ H ₅	4-C ₆ H ₅
2-23	2,4-CH ₃	4-CH ₃	4-CH ₃	2-46	3,4-CH ₃	4-OC ₂ H ₅	4-C ₆ H ₅

【0063】

【表5】

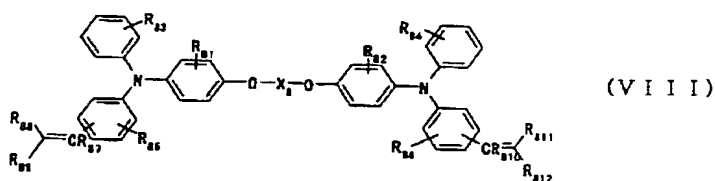
化合物 No.	(R ₁₁) _p	(R ₁₂) _q	4-置換 R ₁₀
2-47	2-CH ₃	2-CH ₃	
2-48	3-CH ₃	3-CH ₃	
2-49	4-CH ₃	4-CH ₃	
2-50	2-CH ₃	2-CH ₃	
2-51	3-CH ₃	3-CH ₃	
2-52	4-CH ₃	4-CH ₃	
2-53	2-CH ₃	2-CH ₃	
2-54	3-CH ₃	3-CH ₃	
2-55	4-CH ₃	4-CH ₃	

【0064】また、上記一般式（I）で示される化合物以外にも、本発明の重合体と共に使用して、良好な特性が得られる電荷輸送材料として、以下の一般式（VII）

I）～（XII）で示される化合物が挙げられる。

【0065】

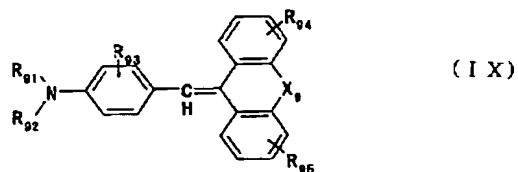
【化6】



【0066】式中、X₈は置換基を有していてもよい2価の炭化水素基を表し、R₈₁～R₈₆はそれぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換基を有してもよいアルキル基、アルコキシ基、または置換アミノ基を表し、これらは互いに同一でも異なってもよい。また、R₈₇～R₈₁₂はそれぞれ水素原子、置換基を有してもよいアルキル基、置換基を有してもよいアリール基、または置換基を有してもよい複素環基を表し、これらは互いに同一でも異なってもよく、R₈₈とR₈₉、R₈₁₁とR₈₁₂は縮合して炭素環基または複素環基を形成していてもよい。

【0067】

【化7】

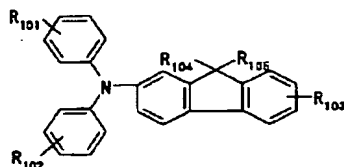


【0068】式中、X₉は-CH₂CH₂-または-CH=CH-を表し、R₉₁～R₉₃はアルキル基、アリール基、置換基を有してもよいアリール基、または置換基を有してもよい複素環基を表し、R₉₄～R₉₆は水素原子、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表す。

【0069】

【化8】

19

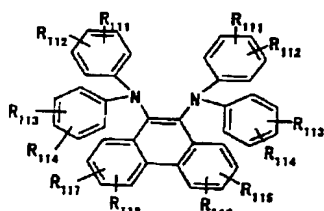


(X)

【0070】式中、 $R_{101} \sim R_{102}$ はアルキル基を表し、 R_{103} は水素原子、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表し、 $R_{104} \sim R_{105}$ は水素原子、アルキル基、アラルキル基または置換基を有してもよいアリール基を表す。

【0071】

【化9】

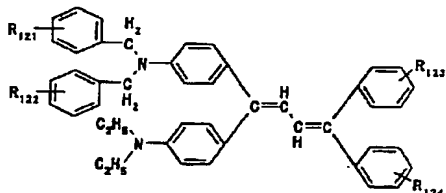


(XI)

【0072】式中、 $R_{111} \sim R_{118}$ はそれぞれ水素原子、アルキル基、アルコキシ基またはハロゲン原子を表し、これらは互いに同一でも異なってもよい。

【0073】

【化10】



(XII)

【0074】式中、 $R_{121} \sim R_{124}$ はそれぞれ水素原子、アルキル基、置換基を有してもよいアリール基または置換基を有してもよい複素環基を表す。

【0075】電荷輸送材料の含有量は表面層全重量に対し、1～90重量%であることが好ましく、5～60重量%であることがより好ましい。含有量が1重量%に満たないと残留電位が溜まり易くなり、90重量%を超えると未反応の水酸基が増えるため、電気特性が環境に依存するようになる。また、付着物が付き易くなる。

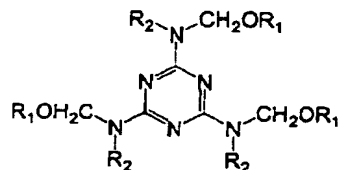
【0076】表面層に用いられる結着樹脂と電荷輸送材料の少なくとも一方は架橋されていることが好ましい。架橋剤としては、メラミン誘導体、ポリイソシアネート等が挙げられる。

【0077】メラミン誘導体としては下記一般式(XIII)で示される化合物が好ましい。

【0078】

【化11】

20



(XIII)

【0079】式中、 R^1 はメチル基、エチル基、またはブチル基を表し、 R^2 は水素、アセチル基、またはヒドロキシメチル基を表す。

【0080】イソシアネートはブロック型イソシアネートであることが好ましい。このブロック型イソシアネートは、ポリイソシアネート化合物に、ある種の活性水素を有する化合物(ブロック剤)を反応させて得られる常温で安定な化合物であり、これを一定の条件下に加熱するとブロック剤が解離して、もとの活性なイソシアネート基が再生される。このようなブロック型イソシアネートのベースとなるポリイソシアネート化合物としては、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、ジシクロヘキシルメタレンジイソシアネート、ポリメチレンポリフェニルポリイソシアネート等が挙げられる。このイソシアネートと反応させるブロック剤としては、カプロラクタム等のラクタム類、メチルエチルケトオキシムやアセトオキシム等のオキシム類、マロン酸ジエチル、アセト酢酸エチル等のβ-ジケトン類等が挙げられる。

【0081】本発明においては、表面を平滑にするために、表面層中にレベリング剤を添加することができる。

【0082】本発明の表面層の膜厚は0.5～50μmであることが好ましく、2～10μmであることがより好ましい。膜厚が0.5μmに満たないと寿命の向上が図れず、50μmを超えると感度の低下や、残留電位の上昇が発生しやすくなる。

【0083】本発明の電子写真感光体は以下のように製造できる。

【0084】下引き層(もしあれば)、電荷発生層、電荷輸送層の成分をそれぞれ溶媒中に溶解、分散して、塗布液を調整する。分散方法としては、ロールミル、ボールミル、振動ボールミル、アトライター、サンドミル、コロイドミル、ペイントシェーカー等による方法を用いることができる。溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエン、クロルベンゼン等の芳香族炭化水素系、アセトン、2-ブタノン等のケトン類、塩化メチレン、クロロホルム、塩化エチレン等のハロゲン化脂肪族炭化水素類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコール、ジエチルエーテル等の環状或いは直鎖状エーテル、或いはこれらの混合溶剤などを用いることができる。必要な処理を施した導電性基体を塗布液に浸漬し、塗布層を乾燥する工程を各層毎に繰り返す。次いで、表面層の成分をアルコールに溶解、分散して、表面層用塗

21

布液を調整する。その上に感光層が形成された導電性基体をこの塗布液に浸漬して、塗布層を乾燥し、本発明の電子写真感光体が得られる。アルコール溶剤としては、メタノール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、*n*-ブタノール、イソブタノール、*sec*-ブタノール、*tert*-ブタノール等が挙げられる。

【0085】本発明の電子写真感光体は、ライトレンズ系複写機、近赤外光もしくは可視光に発光するレーザービームプリンター、デジタル複写機、LEDプリンター、レーザーファクシミリなどの電子写真装置に用いることができる。また、この電子写真感光体は一成分系、二成分系の正規現像剤あるいは反転現像剤と合わせて用いることができる。

【0086】図1は本発明の電子写真感光体7を備えた非接触帯電型の電子写真装置20の概略図である。電子写真感光体7の周囲には、電源9から電圧が供給されるコロナ放電方式の帯電用部材8、電子写真感光体7を露光する画像入力装置10、電子写真感光体7上の潜像にトナーを付着させる現像装置11、電子写真感光体7上のトナー画像を紙等の記録媒体に転写させる転写装置12、電子写真感光体7上に残留したトナーを除去するクリーニング装置13、および電子写真感光体7上の電荷を除去する除電器14がこの順で設けられている。また、記録媒体の搬送路の電子写真感光体より下流側にはトナー画像を記録媒体に定着させる定着装置15が設けられている。なお、クリーニング装置13は省略してもよい。

【0087】図2は本発明の電子写真感光体7を備えた接触帯電型の電子写真装置22の概略図である。なお、図1の電子写真装置20の構成と同じ構成には同じ符号を用い、その説明を省略する。この電子写真装置22は図1の電子写真感光体20の帯電用部材8の代わりに、電子写真感光体7に接触する帯電用部材24を備えている。この電子写真装置22ではクリーニング装置13、除電器14を省略することができる。

【0088】また、図3は本発明の電子写真感光体7を備えたプロセスカートリッジ17の概略図である。なお、図1の電子写真装置20の構成と同じ構成には同じ符号を用い、その説明を省略する。このプロセスカートリッジ17内には、電子写真感光体7、帯電用部材8、現像装置11、クリーニング装置13、及び除電器14が固定され、プロセスカートリッジ17の外側には、このプロセスカートリッジ17を電子写真装置に取り付けるための取り付けレール16が固定されている。

【0089】

【実施例】以下に、本発明の実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例に何ら限定されるものではない。

(実施例1) 4重量部のポリビニルブチラール樹脂(エスレックBM-S、積水化学社製)を溶解した*n*-ブチルアルコール170重量部に、ジルコニウム含有有機金

22

属化合物としてアセチルアセトンジルコニウムブチレート30重量部、およびシリコン含有有機金属化合物としてγ-アミノプロピルトリメトキシシラン3重量部を添加して攪拌し、下引き層形成用の塗布液を得た。この塗布液を、ホーニング処理により粗面化された直径84mmのアルミニウム基体の上に浸漬塗布し、室温で5分間風乾を行った後、基体を10分間で50℃に昇温し、50℃、85%RH(露点47℃)の恒温恒湿槽中に入れて、20分間加湿硬化促進処理を行った。その後、熱風乾燥機に入れて170℃で10分間乾燥を行った。

【0090】電荷発生材料としての塩化ガリウムフタロシアニン1.5重量部、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体樹脂(VMCH、日本ユニオンカーバイド社製)10重量部および*n*-ブチルアルコール300重量部からなる混合物をサンドミルにて4時間分散した。得られた分散液を上記下引き層上に浸漬塗布し、乾燥して、膜厚0.2μmの電荷発生層を形成した。

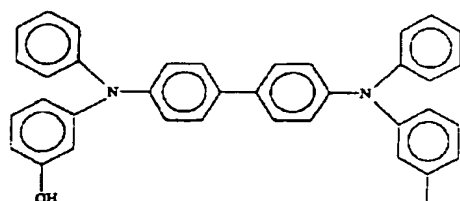
【0091】次に、N、N'-ジフェニル-N，N'-ビス(3-メチルフェニル)-[1，1'-ビフェニル]-4，4'-ジアミン4部とビスフェノールZポリカーボネート樹脂(分子量40，000)6重量部とをクロルベンゼン80重量部に加えて溶解した。得られた溶液を上記電荷発生層の上に浸漬塗布し、乾燥することにより、膜厚13μmの電荷輸送層を形成した。

【0092】次に、導電性微粒子である酸化スズ粒子(S-1、三菱マテリアル社製)100重量部をヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン(TSL8233、東芝シリコン社製)20重量部、及びメタノール300部とともにボールミルで24時間攪拌し、この溶液をろ過し、フィルター上の酸化スズをメタノールで洗浄後、150℃で2時間乾燥することによって酸化スズ粒子の表面処理を行なった。この表面処理を行なった酸化スズ粒子12重量部と下記構造式(XIV)で示される電荷輸送材料4重量部と、ブロック型イソシアネート(スミジュールBL3175、住友バイエルウレタン社製)11重量部をポリビニルブチラール樹脂(エスレックBH-S、積水化学社製)8重量部を*n*-ブチルアルコール200部に溶解した溶液に混ぜ、サンドミルにて12時間分散した。得られた分散液に前記電荷輸送層を浸漬塗布して、150℃1時間の乾燥硬化処理を施し6μmの表面層を、上記電荷輸送層の上に形成した。このように、表面層塗布溶剤にその下の電荷輸送層樹脂を溶解しないアルコールを使用したため、上記のように全層を浸漬塗布により形成でき、効率的に電子写真感光体を製造できた。なお、表面層塗布液の液粘度は、イソシアネート硬化剤としてブロック型のものを使用している為、常温(20～25℃)においては1ヶ月経過しても大きな変化はなく安定であった。

【0093】

【化12】

23



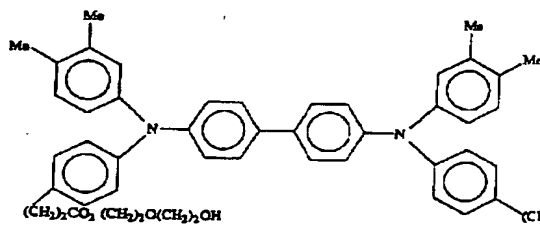
(XIV)

【0094】上記のようにして得られた電子写真感光体を、(A) 20℃、50%RHの環境下で、グリッド印加電圧-650Vのスコトロン帯電器で帯電し、

(B) 0.5秒後に780nmの半導体レーザを用いて9.0mJ/m²の光を照射して照射部を放電させ、更に、(C) 3秒後に50mJ/m²の赤色LED光を照射して全面を除電するというプロセスの各工程における電子写真感光体の表面の電位を測定した。この場合、

(A)の電位V_Hが高い程コントラストを高くすることが可能であり、(B)の電位V_Lが低い程高感度であり、(C) V_{RP}の電位が低い程残留電位が少なく、次の画像形成に影響する残留画像やカブリが少ないことを示す。

【0095】また、上記の電子写真感光体を、28℃、



(XV)

【0097】(実施例3)電子写真感光体の電荷輸送層までは、実施例1と同様に作製した。次に、導電性微粒子である酸化スズ粒子(S-1、三菱マテリアル社製)100重量部を(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリメトキシシラン(チッソ社製)20重量部、及びメタノール300部とともにボールミルで24時間攪拌し、この溶液をろ過し、フィルター上の酸化スズ粒子をメタノールで洗浄後、150℃で2時間乾燥することによって酸化スズ粒子の表面処理を行なった。この表面処理を行なった酸化スズ粒子12重量部と構造式(XIV)で示される電荷輸送材料4重量部を、ポリビニルブチラル樹脂(エスレックBH-S、積水化学社製)8重量部をn-ブチルアルコール200部に溶解した溶液に混ぜ、サンドミルにて12時間分散した。得られた分散液を用いて浸漬塗布を行い、150℃1時間の乾燥硬化処理を施し厚さ6μmの表面層を、上記電荷輸送層の上に形成した。このようにして得られた電子写真感光体を実施例1と同様に評価をした。その結果を表6に示す。

(実施例4)電子写真感光体の電荷輸送層までは、実施例1と同様に作製した。次に、導電性微粒子である酸化スズ粒子(S-1、三菱マテリアル社製)100重量部をヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン(TS

24

85%RHの高温高湿環境下にて接触帯電方式であるプリンター(富士ゼロックス製 Color Laser Wind 3310)を電子写真感光体の表面の電位を測定できるように改造)に装着し、50000枚のA4用紙にモノクロ画像を印刷し、画質と感光体の摩耗量を評価した。その結果を表6に示す。

(実施例2)表面層中の材料である構造式(XIV)で示される電荷輸送材料に代えて、構造式(XV)で示される電荷輸送材料を用いた以外は実施例1と同様に電子写真感光体を作製し、評価した。その結果を表6に示す。

【0096】

【化13】

L8233、東芝シリコン社製)20重量部、及びメタノール300部とともにボールミルで24時間攪拌し、この溶液をろ過し、フィルター上の酸化スズ粒子をメタノールで洗浄後、150℃で2時間乾燥することによって酸化スズ粒子の表面処理を行なった。この表面処理を行なった酸化スズ粒子12重量部と構造式(XIV)で示される電荷輸送材料4重量部とブロック型イソシアネート(コロネート2507、日本ポリウレタン工業社製)15重量部を、ポリアミド樹脂(プラタボンドMX1602、エルファトケムジャパン社製)8重量部をn-ブチルアルコール200部に溶解した溶液に混ぜ、サンドミルにて12時間分散した。得られた分散液を用いて浸漬塗布を行い、150℃1時間の乾燥硬化処理を施し厚さ6μmの表面層を、上記電荷輸送層の上に形成した。このようにして得られた電子写真感光体を実施例1と同様に評価をした。その結果を表6に示す。

(実施例5)表面層中の酸化スズ粒子(S-1、三菱マテリアル社製)に代えて、Sb₂O₃がドーパされた酸化スズ粒子(T-1、三菱マテリアル社製)を金属酸化物粒子として用いた以外は実施例1と同様に金属酸化物の表面処理をして、電子写真感光体を作製し、評価した。その結果を表6に示す。

(比較例1)表面層を設けなかった以外は実施例1と同

様にして電子写真感光体を作製し、評価した。その結果を表6に示す。

【0098】この電子写真感光体では、摩耗耐性が低いために、プリントするにつれ、電荷輸送層が薄くなり、帯電性が低下したので、50000枚印刷後の電気特性は評価できなかった。

(比較例2) 電荷輸送層までは、実施例1と同様にして電子写真感光体を作製した。次に、導電性微粒子である酸化スズ粒子(S-1、三菱マテリアル社製)100重量部をヘプタデカフルオロデシルトリメトキシシラン(TSL8233、東芝シリコン社製)20重量部、及びメタノール300部とともにボールミルで24時間攪拌し、この溶液をろ過し、メタノールで洗浄後、150℃で2時間乾燥することによって酸化スズ粒子の表面処理を行なった。この表面処理を行なった酸化スズ粒子

12重量部とブロック型イソシアネート(スミジュールBL3175、住友バイエルウレタン社製)11重量部をポリビニルブチラール樹脂(ニスレックBH-S、積水化学社製)12重量部をn-ブチルアルコール200部に溶解した溶液に混ぜ、サンドミルにて12時間分散した。得られた分散液を用いて浸漬塗布を行い、150℃1時間の乾燥硬化処理を施し厚さ6μmの表面層を、上記電荷輸送層の上に形成した。このようにして得られた電子写真感光体を実施例1と同様に評価をした。その結果を表6に示す。

【0099】画質については、最初に文字を印刷した後、低濃度のソリッド画像を印刷したときに、先に印刷した文字のネガゴーストが確認された。

【0100】

【表6】

	初期電気特性			50000枚プリント後電気特性			摩耗量 [μm]	初期画質
	Vb[v]	Vl[v]	Vrp[v]	Vb[v]	Vl[v]	Vrp[v]		
実施例1	-640	-190	-40	-630	-195	-50	1.7	問題無し
実施例2	-645	-185	-45	-640	-190	-55	1.7	問題無し
実施例3	-640	-185	-40	-635	-190	-45	1.9	問題無し
実施例4	-640	-180	-40	-630	-185	-65	1.8	問題無し
実施例5	-645	-185	-45	-635	-185	-50	1.9	問題無し
比較例1	-645	-150	-30	-	-	-	10.1	問題無し
比較例2	-635	-300	-250	-630	-330	-280	1.6	ゴースト発生

【0101】

【発明の効果】本発明は、高い表面強度、良好な表面平滑性、及び潤滑性を有し、ゴーストのない画像を形成できる電子写真感光体、そのような電子写真感光体を備えた電子写真装置及びプロセスカートリッジを提供できる。また、本発明は、浸漬塗布方法により表面層が形成

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明で用いる非接触帯電型の電子写真装置の概略図である。

【図2】 本発明で用いる接触帯電型の電子写真装置の概略図である。

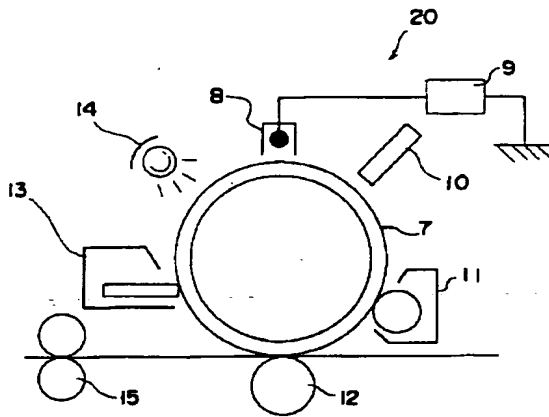
【図3】 本発明で用いるプロセスカートリッジの概略図である。

【符号の説明】

- 7 電子写真感光体
- 8 帯電用部材
- 9 電源
- 10 画像入力装置
- 11 現像装置
- 12 転写装置
- 13 クリーニング装置
- 14 除電器
- 15 定着器
- 16 取り付けレール
- 17 カートリッジ
- 20 電子写真装置
- 22 電子写真装置
- 24 帯電用部材

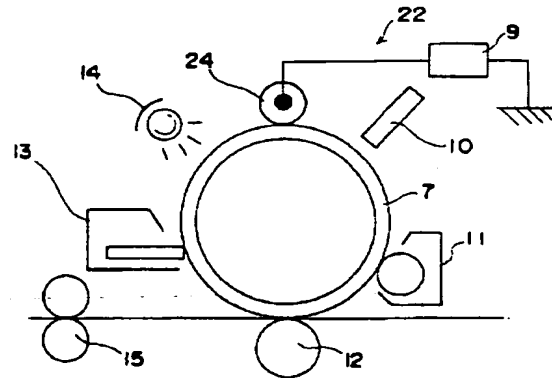
27

【図1】

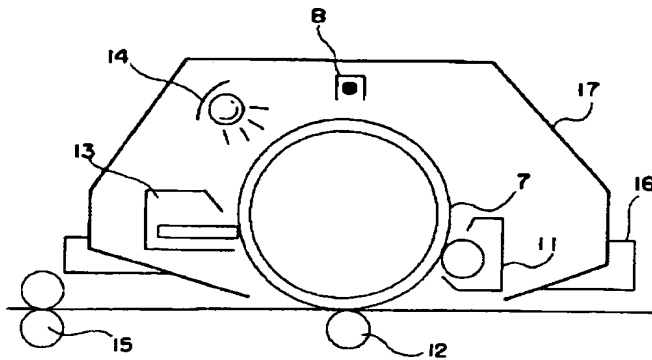


28

【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 穂積 正彦
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社内
(72)発明者 八百 健二
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社内
(72)発明者 鈴木 貴弘
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社内

(72)発明者 江角 鉄也
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社内
(72)発明者 白井 正治
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社内
Fターム(参考) 2H068 AA03 AA04 AA05 BA03 BA12
BA58 BB16 BB28 BB29 CA37
EA14 EA16